

等离子热处理

韩立民 主编



天津大学出版社

等离子热处理

韩立民

主编

天

1998.8

社

100-60
111

等离子热处理

韩立民 编著

天津大学出版社

DW40/10

等离子热处理

韩立民 编著

*

天津大学出版社出版

(天津大学内)

邮编:300072

河北省昌黎县印刷厂印刷

新华书店天津发行所发行

*

开本:787×1092毫米 1/16 印张:13.5 字数:337千

1997年2月第一版 1997年2月第一次印刷

印数:1--1000

ISBN 7-5618-0709-0
TG·4 定价:13.80元

序 言

30年代初,等离子热处理技术起源于德国,KLOCKNER IONON公司进行了开发性的研究工作。由于种种技术原因,随后的发展是极为缓慢的。在我国直至1967年才在工业生产中获得了应用。近十几年来,对这种先进工艺、特别是离子渗氮的研究,已逐渐深入、日臻完善,而且迅速在工模具制造、机床、动力设备、机车车辆、石油机械、塑料成型机械等各个行业中得到应用。在长期的研究与应用中,离子渗氮显示出许多优异的特性,如渗入效率高,因而使之比普通气体渗氮周期缩短一半;工艺效果好,可以对渗层深度、组织结构与性能进行调节控制;此外,由于炉压低,耗气少,能量利用率高,所以它又是一种省能无公害的热处理工艺。

近年来,在离子渗氮基础上又发展和派生出来许多低温离子热处理新技术,如离子氮碳共渗、离子渗硫、离子硫氮共渗、离子硫氮碳共渗等。借助某些离子渗氮的理论和实践,人们已经把离子热处理的温度扩展到钢的奥氏体状态,于是开发出一系列高温离子热处理工艺。诸如离子渗碳、离子碳氮共渗、离子渗硼、离子渗金属等等。现代的物理气相沉积(Physical Vapor Deposition 简称“PVD”)如各种离子镀新技术已被用作对刀具、模具等进行表面强化的重要手段,同时它们也进一步扩大了离子热处理的领域。这些新工艺新技术有的目前已经进入工业应用阶段,显示出较高实用价值,取得了显著技术经济效益,甚至部分取代了常规的表面强化手段。

80年代的离子热处理已经汇集了几个学科的多项技术,发展成了一个完整、独立的学科领域。根据前人及作者本人在这一领域的研究与应用成果,对原理、工艺及设备诸方面作一个系统的总结,以便给在该领域从事开发、研究和生产的工作者提供些参考,这就是作者编著这本书的目的。

本书第一章第二节由马登杰编写,第三章第四节由李春阳编写,第三章第五节由梅文麟编写,其余均由韩立民编写。书中部分照片、曲线等由张勇、李宝银制作。全书由陈敏熊教授主审。由于作者水平有限,书中难免有缺点、错误,恭请读者批评指正。

作者

1994年10月于天津大学

目 录

第一章 等离子热处理基础知识

第一节 真空技术基础	(1)
一、真空的概念	(1)
二、真空的获得与度量	(2)
三、真空系统的结构与设计	(10)
第二节 低压气体放电	(21)
一、气体放电的伏安特性	(21)
二、各种形式的辉光放电和弧光放电	(23)
三、低压气体辉光放电的物理过程	(29)
四、各种低压气体放电等离子体	(41)
第三节 离子热处理的金属学基础	(44)
一、金属的晶体结构与合金相结构	(44)
二、合金相图与组成相	(49)
三、金属晶体中的扩散	(58)
四、金属晶体的表面与界面	(62)

第二章 离子热处理设备

第一节 离子热处理炉分类及技术规格	(67)
第二节 离子热处理设备的电源	(70)
一、辉光放电电源	(70)
二、几种灭弧方法	(71)
三、脉冲直流辉光放电电源	(74)
四、辅助加热电源	(75)
第三节 离子热处理炉的结构	(76)
一、炉体结构	(76)
二、阴极输电装置	(77)
第四节 供气排气系统	(79)
一、供气系统与混合气体的配制	(79)
二、排气系统及炉压测定与调节	(84)
第五节 测温、控温与温度均匀性	(86)
一、测温	(86)
二、控温	(88)
三、温度均匀性	(88)

第六节 离子热处理炉的发展	(91)
第三章 离子热处理工艺	
第一节 离子渗氮	(94)
一、离子渗氮原理	(94)
二、渗层组织结构与性能	(97)
三、离子渗氮工艺	(105)
四、离子渗氮的应用	(113)
第二节 离子氮碳共渗	(118)
一、共渗层组织成分与性能	(118)
二、离子氮碳共渗工艺参数	(121)
三、工艺操作	(124)
四、工艺举例	(124)
第三节 离子渗硫及含硫多元共渗	(125)
一、离子渗硫	(125)
二、离子硫氮共渗	(128)
三、离子硫氮碳共渗	(130)
四、离子氧硫氮共渗	(132)
第四节 离子渗碳	(133)
一、离子渗碳原理	(136)
二、离子渗碳工艺	(138)
三、工艺举例	(142)
第五节 离子碳氮共渗	(144)
一、离子碳氮共渗工艺	(146)
二、工艺实例	(147)
第六节 离子渗硼	(148)
一、气体离子渗硼	(148)
二、膏剂法离子渗硼	(151)
第七节 离子渗金属	(156)
一、不等电位空心阴极离子渗金属	(156)
二、冷阴极电弧源离子渗金属	(163)
三、膏剂法离子渗金属	(164)
第四章 离子沉积技术	
第一节 硬质膜材料	(167)
一、TiN 膜	(169)
二、TiC 膜	(169)
三、多元膜和多相、多层膜	(170)
四、其他硬质膜	(171)
第二节 真空溅射镀	(172)
一、二极、三极、四极溅射	(174)

二、磁控溅射	(175)
三、其他溅射工艺	(177)
四、合金溅射与反应溅射	(178)
第三节 离子镀	(178)
一、直流二极型离子镀	(180)
二、三极和多极型离子镀	(181)
三、活性反应、增强型活性反应离子镀	(182)
四、射频离子镀(HCD)	(183)
五、空心阴极离子镀	(183)
六、多弧离子镀	(184)
第四节 等离子体化学气相沉积(PCVD)	(185)
一、PCVD 原理	(186)
二、PCVD 工艺	(187)
三、PCVD 设备	(189)
第五节 离子沉积技术工艺应用概况	(191)
一、高速钢刀具耐磨镀层	(191)
二、金属模具耐磨镀层	(191)
三、固体润滑镀层	(192)
四、耐蚀、耐热镀层	(192)
参考文献	(193)
附录	(196)

第一章 等离子热处理基础知识

等离子热处理是在低压气体放电等离子体中进行的金属表面合金化、表面改性和强化的热处理工艺,如离子渗氮、离子渗碳、离子镀等等。为了合理地选择工艺、正确地进行工艺操作、恰当地调节控制、乃至改装研制离子热处理设备,就必须掌握一些真空技术如真空的物理概念、真空的获得与度量方法、真空系统的设计与计算、低压气体放电的原理与实践和与上面所述各种工艺直接相关的金属学问题等基础知识。

第一节 真空技术基础

一、真空的概念

在真空技术中,把低于大气压的气体状态叫作真空⁽¹⁻¹⁾。与正常的大气相比,这是一种较稀薄的气体状态。真空中残存气体的稀薄程度就是真空程度的高低,即真空度。作为这种对真空的量度,最直接的物理量应是每单位体积中的分子数。但是由于历史和技术上的原因,真空度的高低是用被抽空容器中残存气体的绝对压强来表示的。于是真空度高就是气体压强低,真空度的单位就是压强的单位。如在 MKS 单位中为牛顿/米²(N/m²),叫帕斯卡(Pascal),简称帕(Pa)。

在 CGS 单位制中为达因/厘米²(dyn/cm²),又叫微巴(microbar)。(工程上曾广泛使用过托(Torr),1托=1/760 标准大气压=1 毫米汞柱(mmHg)=133.3 帕。各种压强单位之间的换算。列于附录一⁽¹⁻²⁾。

在只需粗略指出真空度范围时,还可使用真空区域的说法。一般可大致分为五个区域。

粗真空	$1.01 \times 10^5 \sim 1.33 \times 10^3 \text{ Pa}$	760~10Torr;
低真空	$1.33 \times 10^3 \sim 1.33 \times 10^{-1} \text{ Pa}$	$10 \sim 10^{-3} \text{ Torr};$
高真空	$1.33 \times 10^{-1} \sim 1.33 \times 10^{-6} \text{ Pa}$	$10^{-3} \sim 10^{-8} \text{ Torr};$
超高真空	$1.33 \times 10^{-6} \sim 1.33 \times 10^{-10} \text{ Pa}$	$10^{-8} \sim 10^{-12} \text{ Torr};$
极高真空	$< 1.33 \times 10^{-10} \text{ Pa}$	$< 10^{-12} \text{ Torr}。$

离子热处理常用的是低真空。若按标准大气压下($1.01 \times 10^5 \text{ Pa}$, 0°C),一摩尔任何气体中含有 6.025×10^{23} 个分子计,则在 $1.33 \times 10^{-1} \text{ Pa}$ 的低真空下,单位体积中残存的气体分子仅有 $3.10^{13} / \text{cm}^3$ 。即使把它们全部视为有害的杂质气体,这样的真空也相当于提纯到 99、9999% 的惰性气体和露点为 -76°C 的保护气氛的纯度。对在其中加热到高温的金属表面具有同等良好的防止氧化与脱碳的效果。比如离子渗碳,在初始阶段就是在这样的真空保护下,借助辐射,将金属加热到奥氏体状态,经保温均热后,再在 $\text{H}_2 + \text{C}_3\text{H}_8$ 混合气氛辉光放电等离子体中实现渗碳。对于离子渗氮等低温(相变点以下)离子热处理,也是先将炉子预抽到低真空($< 5 \text{ Pa}$),之后再充入 NH_3 或 $\text{H}_2 + \text{N}_2$,在辉光放电下将金属加热并实现渗氮工艺。离

子镀则常使用 $10^{-1} \sim 10^{-6} \text{Pa}$ 的高真空。在真空技术实践中,欲得到所需要的不同级别的真空,一般都有相应的工艺要求、获得设备和测量仪器等。

二、真空的获得与度量

1. 真空的获得

真空获得是由以真空泵为主体和真空管路、真空元件等组成的真空系统实现的。在离子炉真空系统中,常用的真空泵有旋片式真空泵、机械式增压泵、油增压泵、油扩散泵等。

(1)旋片式真空泵。旋片式真空泵的结构如图 1-1 示。由定子和偏心安装的圆柱形转子及旋片 A、B 围成了弯月形泵腔,其间作为密封填隙充以一定粘度、蒸汽压较低的真空泵油(性能示于附录二)。当转子旋转时(一般 450r/min ,直联泵 1450r/min),泵腔 I 不断增大、气压降低,从进气口吸入气体,见图 1-2(a)。在旋片 B 转过进气口时,容积增大到泵腔 II,见图 1-2(b),抽气过程即行终止。当旋片 A 转过转子定子间密封线 S 后,见图 1-2(c),处于泵腔 III 中的气体随容积减小被压缩,压力急剧上升,直到高于大气压从排气阀排出泵外,见图 1-2(d)。这种单级泵极限压强 1Pa 左右。

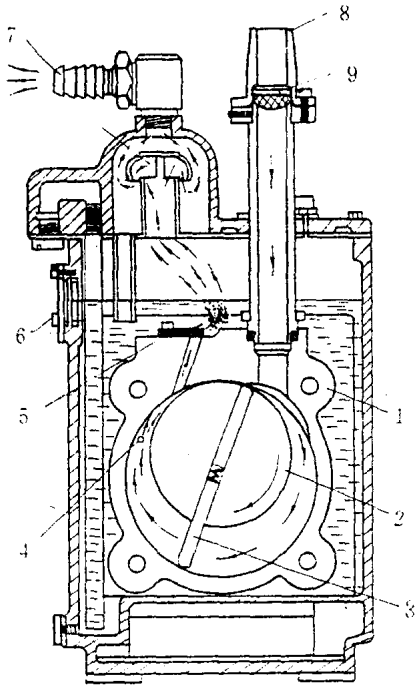


图 1-1 旋片式真空泵结构简图

- 1—定子 2—转子 3—旋片
4—气镇进口 5—排气阀 6—油位孔
7—排气口 8—进气口 9—空气过滤网

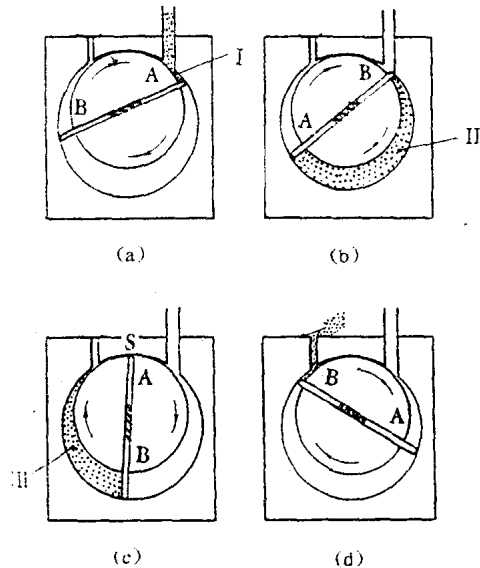


图 1-2 旋片式真空泵工作过程的典型位置

双级旋片式真空泵,是由串在同一轴线上的两个工作室组成的,如图 1-3 所示。II 室为较高真空级。当其抽出的气体压强高时,部分气体直接经排气阀 1 排出。抽出气体压强低时,全部气体经压缩后,送入较低真空的前级室 I,再进一步压缩从阀 3 排出泵外。这种双级泵可以获得更高真空(约 10^{-2}Pa)。若抽除的气体含有水蒸气之类的可冷凝成分时,泵腔内高度压缩(压缩比 $10^5 \sim 10^7$)的蒸气,分压上升超过饱和蒸气压后,则被液化滞留在泵中。这不仅使泵的极限压强上升而且也污染了泵油,为避免这种情况,可以通过气镇(Gas ballast)针

阀从排气阀附近的小孔(参见图 1-1)向泵腔掺入适量干燥空气或高纯惰性气体,使气体压强随压缩比加大而迅速上升,在未达到该蒸气液化的压缩比之前,即已超过大气压和掺入气体一起被排出泵外。待容器中的蒸气排净后,再关闭气镇阀恢复正常工作和原有极限真空度,这叫作掺气式真空泵。

旋片式真空泵的主要技术性能有:泵的抽气速率,指泵在进气口压强为 $1.01 \times 10^5 \text{Pa}$ (760Torr) 时,单位时间通过进气口气体体积,单位为升/秒(L/S);泵的极限真空,系指用压缩式真空计在按规定条件工作的泵进气口处,测得的最低分压强。不同抽速的双级旋片式真空泵(2X 型)有系列化产品,其基本参数如表 1-1 所示。这种泵极限真空度约为 $6.7 \times 10^{-2} \text{Pa}$ ($5 \times 10^{-4} \text{torr}$),但其效率随气压降低不断下降,如在 1Pa (10^{-2}Torr) 下,实际抽速仅为名义抽速的 25%。它们可以单独用于真空度较低的小型低温离子热处理炉,也可以作为给真空系统提供初级真空的前级泵与主泵(如罗茨泵、油扩散泵)配合,用于较高真空或较大型高温离子热处理炉上。

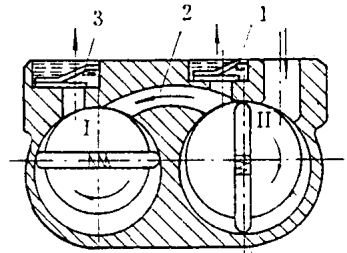


图 1-3 双极旋片式真空泵
1、3-排气阀 2-通道

表 1-1 2X 型旋片式真空泵类型和基本参数(JB1250-72)

序号	型号	抽气速率 (L/s)	极限真空(Pa)		配电机功率 (kW)	进气口内径 (mm)
			关气镇阀	开气镇阀		
1	2x-0.5	0.5	6.7×10^{-2}	6.7×10^{-1}	0.18	10
2	2x-1	1	6.7×10^{-2}	6.7×10^{-1}	0.25	15
3	2x-2	2	6.7×10^{-2}	6.7×10^{-1}	0.4	20
4	2x-4	4	6.7×10^{-2}	6.7×10^{-1}	0.6	25
5	2x-8	8	6.7×10^{-2}	6.7×10^{-1}	1.1	32
6	2x-15	15	6.7×10^{-2}	6.7×10^{-1}	2.2	50
7	2x-30	30	6.7×10^{-2}	1.33	4.0	65
8	2x-70	70	6.7×10^{-2}	1.33	7.5	80
9	2x-150	150	6.7×10^{-2}	1.33	14	125

(2) 机械增压泵(罗茨真空泵)。这也是离子炉较常用泵种之一,其工作原理如图 1-4 所示。两个截面呈 8 字形的转子以 2000r/min 速度相反方向同步旋转,彼此及与泵腔内壁保持约 0.2mm 间隙,因为没有接触则没有摩擦也无需润滑。当下转子处于图 1-4(a)位置时,开始从进气口吸入气体,转到(b)位置之后,气体被隔绝在泵腔 A_1 中。图中(c)为中间过程。下转子从 c 转至 d 位置时 A_1 腔中气体从出气口排出。与此同时上转子将另一部分气体隔在泵腔 A_2 中,并经上述行程将气体从出气口排出,如此上下交替地循环着。这种泵的极限真空度为 $6.7 \times 10^{-2} \text{Pa}$,在 $10^2 \sim 1 \text{Pa}$ 压强范围内有很大抽速,弥补了旋片真空泵、油扩散泵在这个压强范围抽速小的不足。由于在泵腔内不发生象旋片式泵那样的压缩现象,则不需要排气阀。正因为如此罗茨泵可以抽除可凝性蒸汽。这种泵不能独自把气体排到大气中,而需要和前级泵(预真空泵)串联,以提高机械泵极限真空;或为增高扩散泵排气压力,串联在机械泵、扩散泵

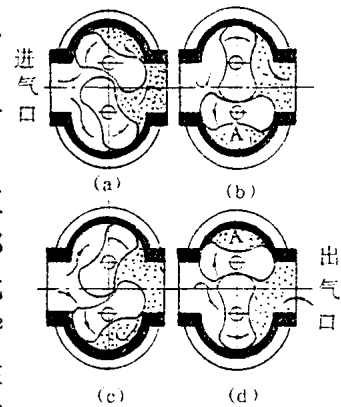


图 1-4 机械增压泵原理

之间使用。国产 ZJ 型罗茨泵的型号及基本参数如表 1-2 所示。

表 1-2 ZJ 型罗茨泵的基本参数

序号	型号	抽气速率 (L/S)	极限真空 (Pa)	允许入口压强 Pa	进口直径 (mm)	出口直径 (mm)	推荐配用 前级泵型号
1	ZJ-15	15	6.7×10^{-2}	2×10^3	40	32	2X-2
2	ZJ-30	30	6.7×10^{-2}	2×10^3	50	40	2X-4
3	ZJ-70	70	6.7×10^{-2}	2×10^3	80	50	2X-8
4	ZJ-150	150	6.7×10^{-2}	1.333×10^3	100	80	2X-15
5	ZJ-300	300	6.7×10^{-2}	1.333×10^3	150	100	2X-30
6	ZJ-600	600	6.7×10^{-2}	1.333×10^3	200	150	2X-70
7	ZJ-1200	1200	2.67×10^{-1}	6.7×10^2	300	200	H-150
8	ZJ-2500	2500	2.67×10^{-1}	6.7×10^2	300	200	H-300
9	ZJ-5000	5000	2.67×10^{-1}	6.7×10^2	400	300	2XH-300

(3)油增压泵。这是一种蒸气流泵。其结构如图 1-5 所示。锅炉中产生的高密度油蒸汽流,经导流管上升到拉瓦尔喷管,以超过声音 3 倍的速度喷出。来自高真空级(第 1、2 级)的被抽气体分子,在扩散作用下和受油蒸汽流的裹挟与之相互混合并获得了能量。混合后的蒸气继续上升并不断被滞留在扩压管收敛段——喉部,产生正激波,得到压力和温度的恢复,降低为亚音速(马赫数 $M < 1$)。在混合气流流经扩压管发散段以后,速度进一步降低,动能转化为位能,压力升高,在泵的出口处被排向前级泵。为了扩展油增压泵的工作下限和在低压强($10^{-1} \sim 10^{-2}$ Pa)下的抽速,增压泵所设置的高真空级还采用了与油扩散泵相似的伞形喷口的结构。各级工作的油蒸汽流在水冷的器壁上凝结后,顺回油管流到锅炉中,重新受热蒸发,如此循环进行抽气。这种泵的工作压强在 $10^1 \sim 10^{-2}$ Pa,弥补了旋片真空泵与油扩散泵该范围抽速低的不足。油增压泵也应与前级(预真空)泵串联使用,其主要性能指标示于表 1-3。国

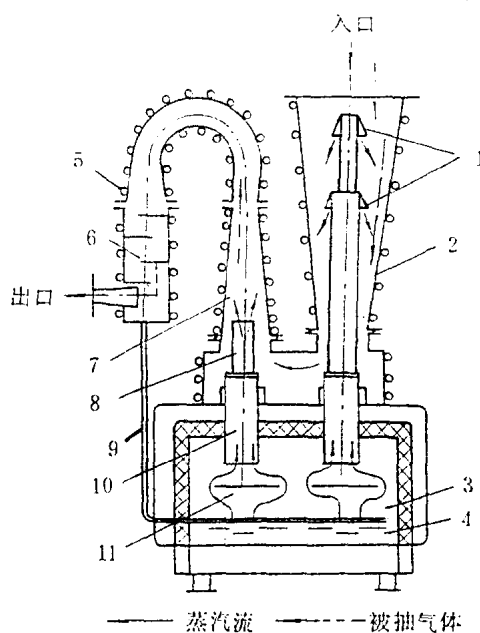


图 1-5 油增压泵原理

1-伞形扩散喷口 2-泵体 3-锅炉 4-工作液 5-冷却器 6-油分离器 7-扩压管 8-拉瓦尔喷管 9-回油管 10-导流管 11-挡片

产增压泵油的性能示于附录二。

表 1-3 Z 型系列油增压泵主要技术性能

技术性能	进 口 内 径 (mm)								
	100	150	200	300	400	600	800	1000	1200
抽气速率(不低于,l/s)	200	500	1000	2000	4000	8000	14000	25000	40000
极限真空(不低于,Pa)	10^{-2}	10^{-2}	10^{-2}	10^{-2}	10^{-2}	10^{-2}	10^{-2}	10^{-2}	10^{-2}
最大反压强($\times 10^2$ Pa)	1.3~2.7	1.3~2.7	1.3~2.7	1.3~2.7	1.3~2.7	1.3~2.7	1.3~2.7	1.3~2.7	1.3~2.7
加热功率(kW)	1.5~2	3~4	6~8	10~12	20~25	30~40	50~60	70~100	100~150
加热器电源电压(V)	220	220	380	380	380	380	380	380	380
泵油种类	增			压			油		
泵油用量(l)	0.5~1	1.5~2	2~3	3~4	10~15	20~30	50~80	150~200	400~500
冷却水用量($20 \pm 5^\circ\text{C}$, l/h)	200	300	400	600	800	1200	2000	6000	12000
推荐前级泵抽速(l/s)	15	30	30	60	150	300	600	1200	3000

①在进气口压强为 1.33Pa 时对空气所测得的值

(4)油扩散泵。这是高真空离子热处理装置的主要真空获得设备。其结构如图 1-6 所示

它的进气口与真空容器相接,排气口与前级泵串联。在前级排气至预真空 $1 \sim 10^{-1}$ Pa 后,把锅炉中高分子量(350~500)的扩散泵油加热到沸腾(约 200°C)。于是油蒸气经导流管上升并从各级喷嘴定向高速喷出,形成高密度(蒸汽压数百至数千帕)的射流($\approx 200\text{m/s}$)。在扩散泵进气口处,若被抽气体的分压强高于蒸汽流中该气体分压强,则被抽气体分子向蒸汽中扩散。由于油蒸汽对气体分子碰撞使之获得动能,而沿着蒸汽流束方向高速运动,碰到泵壁被反射出来,重新沿着蒸汽流再次流向泵壁。于是经多次碰撞及以下几级喷嘴多级压缩后的气体分子,被送到低真空端,由前级泵抽走。油蒸汽则在水冷的泵壁上冷凝后返回油锅炉中,如此循环工作。油扩散泵也必须与前级泵串联使用,其主要特性如表 1-4 所示。国产扩散泵油技术性能示于附录二。

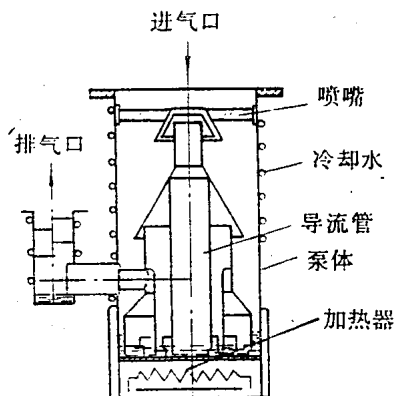


图 1-6 油扩散泵结构示意图

2. 真空的度量

用作测量真空度(即压强)的仪表叫作真空计,也有的称其为“真空规^[1-3]”。按照工作的物理特性可分两种,即根据测得的物理量可直接算出压强(真空度)的绝对真空计,如 U 型管真空计、压缩式真空计等;需经绝对真空计校准后使用的相对真空计,如电阻真空计、热偶真空计等。压缩式真空计,可作为基准测量仪表和在实验室中使用,工业上大都使用相对真空计。按测量范围分类有粗、低、高、超高、极高真空计。离子热处理通常使用粗、低、高真空计。各种真空计测量范围如表 1-5 示。

表 1-4 国产 K 型系列真空油扩散泵的重要技术性能

项目 型号	极限真空 不低于 (Pa)	抽气速率(1/s) 在 $10^{-2} \sim 10^{-4}$ (Pa)内的平均值	最大排 气压强 ($\times 10^2$ Pa)	加热 功率 (kW)	装油量 (l)	冷却水 蒸耗量 (l/h)	进气口 直径 (mm)	推荐使用前 级泵型号
K-50	1×10^{-6}	75	0.1~0.2	0.3~0.4	0.05~0.06	—	50	2X-1
K-80	5×10^{-5}	180	0.2	0.4	0.1	60	80	2X-1
K-100	5×10^{-5}	300	0.2~0.3	0.6~0.8	0.15	100~200	100	2X-2
K-150	5×10^{-5}	800	0.3	0.8~1.0	0.3~0.5	150~200	150	2X-4
K-200	5×10^{-5}	1200~1600	0.3	1.5	0.5~0.8	250~300	200	2X-8
K-300	5×10^{-5}	3000	0.3	2.4~2.5	1.2~1.5	400	300	2X-8 或 2X-15
K-400	5×10^{-5}	5000~6000	0.3	4~5	2.5~3	500	400	2X-15 或 2X-30
K-600	5×10^{-5}	11000~13000	0.3	6	5~7	700	600	2X-30
K-800	5×10^{-5}	20000~22000	0.3	8~9	8~12	1000	800	Z150+2X-70
K-1200	5×10^{-5}	40000~50000	0.3	18~21	15~20	2000	1200	Z300+2X-70

说明:型号 K 表示扩散泵,横线后的数字表示泵的进气口直径。

表 1-5 一些真空计的测量范围

真空计名称	测量范围 ($\times 133$ Pa)	真空计名称	测量范围 $\times (133$ Pa)
水银 U 形真空计	760~0.1	高真空电离真空计	$10^{-3} \sim 10^{-7}$
油 U 形真空计	100~0.01	高压强电离真空计	$1 \sim 1 \times 10^{-5}$
光干涉油微压计	$10^{-2} \sim 10^{-4}$	B-A 超高真空电离计	$10^{-3} \sim 10^{-10}$
压缩真空计(一般型式)	$10 \sim 10^{-5}$	分离规、抑制规	$10^{-3} \sim 10^{-13}$
压缩真空计(特殊型式)	$10 \sim 10^{-7}$	宽程量电离真空计	$10^{-1} \sim 10^{-10}$
静态变形真空计	760~1	放射能量电离真空计	$760 \sim 10^{-3}$
薄膜真空计	$10 \sim 10^{-4}$	冷阴极磁控放电真空计	$10^{-2} \sim 10^{-7}$
振膜真空计	$1000 \sim 10^{-4}$	磁控管型放电真空计	$10^{-4} \sim 10^{-3}$
热传导真空计(一般型式)	$1 \sim 10^{-3}$	克努曾真空计	$10^{-3} \sim 10^{-7}$
热传导真空计(对流型式)	$1000 \sim 10^{-3}$	分压强真空计	$10^{-3} \sim 10^{-5}$

(1)静态变形真空计。这是一种利用气体压力直接作用产生的变形,度量真空的绝对真空计,有布尔登真空计和膜盒真空计两种。布尔登真空计的结构如图 1-7 所示。用黄铜、铍青铜或不锈钢制成的椭圆截面的环形管与真空系统相连。管内、外壁的压差使环形管弹性变形(曲率变化)。此变形正比于压差值并带动指针转动,指示出相应的经标定过的真空度值。这种真空计测量范围为 $10^3 \sim 10^5$ Pa,虽难以测量更低压强,精度较低,但测量结果与气体种类和成分无关。在离子渗氮时,为避免氨的侵蚀,应选用不锈钢制的布尔登真空计。

薄膜真空计的结构如图 1-8 所示。用铍青铜制成的压力敏感元件 1,随真空系统中压力变化而变形,经传动系统使指针转动,在度盘 2 上指示出经标定过的真空度。其测量结果亦与气体种类及成分无关。

(2)U 形管真空计。把一端封闭的 U 形玻璃管抽空充入测量液(水银或硅油),开口端

与真空系统相连,如图 1-9 示。工作时闭口端压力为环境温度下测量液的蒸汽压(20℃下,水银 $1.6 \times 10^{-1} \text{Pa}$ 、高真空硅油 274 为 $2.7 \times 10^{-7} \text{Pa}$),相对于测量值可略而不计。开口端为待测真空,压强为 p ,其值近似于两端水银柱高度差 Δh 所造成的压力,即

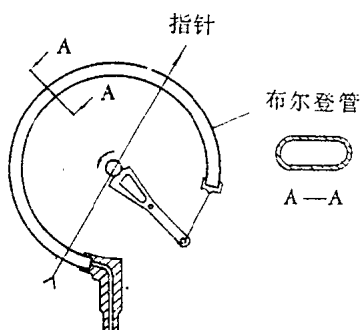


图 1-7 布尔登真空计图

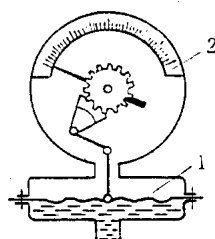


图 1-8 薄膜真空计

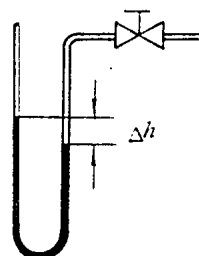


图 1-9 闭口 U 型真空计

$$p = \rho g \Delta h$$

式中: g 为重力加速度;

ρ 为测量液密度(20℃水银为 13.6g/cm^3 ,高真空硅油 274 为 $1.05 \sim 1.08 \text{g/cm}^3$)。当测量液为水银, Δh 以毫米为单位时,则测得的压强 p 可用毫米汞柱表示。1 毫米汞柱(mmHg) = 133.3Pa 。其测量范围为 $10^2 \sim 10^4 \text{Pa}$,测量精度为 $1.33 \times 10^2 \text{Pa}$ 。U 形真空计测量结果稳定又直观,不受气体种类影响,可作为粗、低真空的绝对真空计,用作 $10^5 \sim 10^2 \text{Pa}$ 压强范围的校准工具。在离子化学处理中,常用来显示炉压。

(3) 压缩式真空计。又叫麦克劳(Mcleod)真空计。它是一种无需用别种仪器校准的绝对真空计。其结构如图 1-10 示。在一个尺寸较大的玻璃容器 I 的上部,有一个内径为 d 的“量度毛细管 c_1 ”,二者总体积为 V 。容器 I 在底部与玻璃管 II 相通。II 的左侧有一个与量度毛细管平行,内径亦为 d 的比较毛细管 c_2 ,并与压力为 p 的真空系统相连。I 与 II 交叉口的下端与水银供给装置连接。测量时,提升水银液面到交叉口 A 处,将玻璃容器 I 与 II (真空系统) 隔开,此刻其中压强即为 p 。再提升水银液面使之在比较毛细管内上升到 h_2 处,同时量度毛细管内液面上升到 h_1 处。I 中的气体则被压缩,从原来的体积 V 减小到

$$V_c = \frac{\pi}{4} d^2 (h_0 - h_1)$$

其中气体的压强也上升为 $p_1 = p + (h_2 - h_1)$,令 $h_2 - h_1 = h$,则 $p_1 = p + h$ 。如若被测气体服从波义耳理想气体恒温压缩定

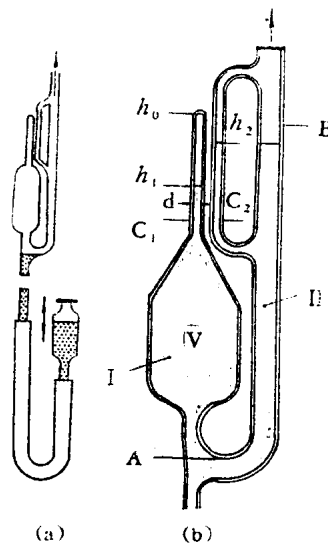


图 1-10 麦氏真空计

律,则有

$$pV = (p + h)V_c$$

即

$$p = \frac{V_c}{V - V_c} h$$

因为 V 远大于 V_c , 于是可以化作

$$p = \frac{V_c}{V} h$$

V_c 与 V 都是事先可以测出并标度出来的, 可见 p 与 h 是成正比关系。这种方法叫做“直线定标法”。⁽¹⁻⁴⁾ 若将比较毛细管的液面 h 提升至与量度毛细管的顶端 h_1 重合, 则 $h_1 - h_1 = h_2 - h_1 = h$, 于是

$$V_c = \frac{\pi}{4} d^2 h$$

进而求得

$$p = \frac{\pi}{4} \frac{d^2}{V} h^2$$

由于式中 p 与 h 的平方成正比, 所以这种方法叫作“平方定标法”。压缩式真空计的测量范围宽 ($10^3 \sim 10^{-3}$ Pa)、精度高、测量结果与气体的种类无关; 但它不能用来测定可压缩冷凝的气体 (亦不能用于测定全压强), 而且操作笨重费时, 不能连续读数。在离子热处理中主要作为低、高真空的校验仪表。

(4) 振膜真空计。这是根据真空容器中气体平均自由程 $\bar{\lambda} >$ 直径 d 时, 气体内摩擦现象与压强有关的事实制造的, 测定粗、低真空较为理想的仪表, 其结构如图 1-11 所示。在两个电极间的几何中心位置上装置一个金属膜片。当在驱动电极 2 上加一个频率 f (音频) 的电压 V_1 时, 交变电场力将迫使膜片 1 振动, 感受电极 3 则产生相同频率的交流电压 V_2 输出。若固定感应电压 V_2 不变, 气体压强低, 谐振状态下的膜片受到的阻尼作用小, 所需的驱动电压 V_1 则小。于是就可以用 V_1 大小指示被测气体的压强。这种真空计测量范围宽 $10^4 \sim 10^{-1}$ Pa、精度高 ($\leq \pm 1 \sim 2\%$), 测量结果受气体种类及外界条件影响小, 可测量气体全压强 (包括蒸汽压)。在离子热处理中可用于测定粗低真空, 也可用作副标准真空计。

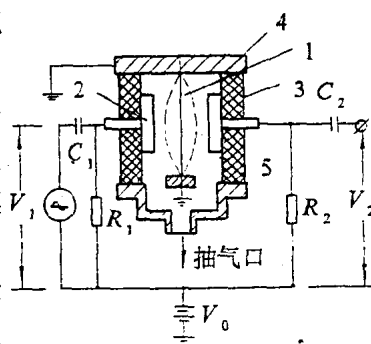


图 1-11 振膜式真空计结构原理图

- 1-金属膜片 2-驱动电极
- 3-感受电极 4-金属外壳
- 5-绝缘体

(5) 电阻真空计。又称为皮喇尼 (Pirani) 真空计, 是根据在真空中 ($\bar{\lambda} \gg d$) 气体分子的

热传导系数与压强成正比的原理设计的热传导真空计,结构如图1-12所示。玻璃或金属规管内,装置了电阻温度系数较大的材料钨、铂、镍等制成的螺旋形电阻丝,经过导线与测量仪器接通。当电阻丝在恒定电压下加热时(恒压法),它的热能不断地经由气体分子传导于管壁上。因灯丝热损失与压强成正比,其自身温度与压强则成反比。于是电阻丝阻值随温度的变化、与压强的升降值成比例。把电阻丝作为定压式惠斯登电桥一个臂接在测量电路中。如图1-12(b)中之G。其余各臂分别为电阻 R_1 、 R_2 、 R_3 、和一支封装在 $10^{-6} \sim 10^{-7} \text{Pa}$ 中同样结构的规管 R_G (减小温度的影响)。在测定前,先于 $<10^{-6} \text{Pa}$ 下调节可变电阻 R_3 ,使电桥平衡,电表CB指示为零。当规管与真空系统相连时,热丝电阻随压强变化而使电桥失去平衡,电表上的指示值经绝对真空计校准后即为真空度值。这种定压式电阻真空计的测量范围是 $10^2 \sim 10^{-1} \text{Pa}$ 。新型定温式电阻真空计具有更宽的量程,高压侧可延伸至 $10^3 \sim 10^4 \text{Pa}$ 。使用时环境温度对这种真空计测量结果有一定影响,对不同种类和不同成分气体也应以予以修正。它们可以连续地测量系统的全压强(气体和蒸汽),在离子热处理中是较为广泛使用的真空计。

(6)热偶真空计。这是另一种热传导式真空计,是由热偶规管和电势测量仪表、稳流电源两部分组成的。DL-3型热偶规管的结构如图1-13(a)示。与真空系统相接的玻璃规管内装置了 $\Phi 0.08 \text{mm}$ 铂加热丝,其中部顶端与 $\Phi 0.05 \text{mm}$ 康铜(Ni43%—Cu57%)——镍铬(Ni80%—Cr20%)热偶热端相连。当规管加热丝与磁饱和稳压器式(或晶体管式)稳流电路接通时,如图1-13(b)示,可通入一额定电流(一般为 $90 \sim 300 \text{mA}$),将其加热至 $100 \sim 200^\circ \text{C}$ 。于是与之相接的热电偶将产生 $0 \sim 10 \text{mV}$ 热电势。该电势值与热丝温度成正比,即与压强 p 反比,可由低内阻直流毫伏表CB测出。毫伏表是在测量低压空气条件下经标定后刻度的,因而可以直接读出真空度。在测量其他气体时应将读数乘以修正系数,如氮1、氢0.67、氩1.56、二氧化碳0.94、二氧化硫0.77、甲烷0.61、乙烯0.86、乙炔0.60等。由于制造原因,规管的特性差异较大,在开封以前或在真空度高于 10^{-2}Pa 下确定其额定工作电流(即当电偶输出为 10mV 时的加热电流)。热偶真空计可连续测量、自动记录真空系统气体与蒸汽的全压强(真空压强),在离子热处理中常用于测定 $10^2 \sim 10^{-1} \text{Pa}$ 低真空。

(7)放射能电离真空计。它是利用放射性同位素辐射出高能粒子(α 、 β)对气体分子电离作用测量真空的仪表,由放射性电离规管和测量仪器两部分组成,如图1-14所示。电离规管G由金—镭合金(α 真空计)、或由以化学方法吸收氦的钛或钛合金片(β 真空计)制成的放射性同位素源S,以及圆筒形阳极A、离子收集极C构成。测量仪器则是由离子流测量放大器和阳极电源E组成的。目前常用的是 β 放射能真空计。从S放射出的高能 β 粒子使真空中残余气体电离,在指向收集极C的电场下形成的离子流 I ,其值与压强 P 成正比,即 $I = KP$ 。K为与气体种类和规管结构有关的常数。将离子流放大,在仪表上即指示出经校准后的压强值。其测量结果与气体种类和成分有关。使用时环境温度应低于 60°C 。这种真空计

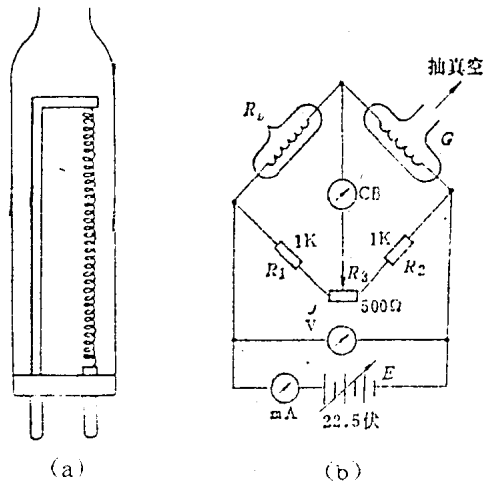


图1-12 电阻式真空计原理
a)规管 b)定压式电桥电路

的测量范围宽、性能稳定。在离子热处理中常用来测定 $10^{-1} \sim 10^3 \text{Pa}$ 粗、低真空。

(8) 热阴极电离真空计。它是利用热阴极发射电子使气体分子电离测量真空的仪表，由热阴极电离规管和测量仪器两部分组成。在规管的玻璃壳内装有三个电极，即发射电子的钨丝阴极 F、螺旋形的加速并收集电子的加速极 A（钨、钼），筒形的收集离子的收集极 C（镍），如图 15(a) 所示。测量仪器包括规管工作电源、发射电流稳定装置、离子流测定放大器、规管自身保护装置等。如图 15(b) 所示。与一般的三极管接法相反（外控接法），加速极加正电压 V_a ：+200V，收集极加负电压 V_c ：-25V。阴极 F 通电加热后发射的电子被电场加速与真空中残存气体分子相碰，并使之电离。其中电子最后为加速极吸收形成电流，又称发射电流 I_e 。正离子则被收集极接收形成了离子 I_i 流。在低于 10^{-1}Pa 条件下，压强 P 与 I_i/I_e 成正比，即

$$P = \frac{1}{\Gamma} \cdot \frac{I_i}{I_e}$$

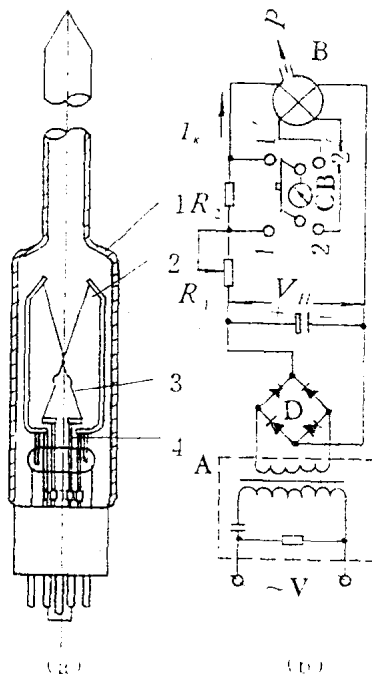


图 1-13 磁饱和稳压式稳流电路

式中 Γ 为被测气体的规管常数（灵敏度）。若以干燥空气或氮气标定时，规管常数即为 Γ_{N_2} 。对于电离率不同的其他气体，则应以 $\Gamma/\Gamma_{N_2} = \gamma$ （即相对灵敏度）进行修正。各种常见气体和蒸气的相对灵敏度值是：氮 1、氢 0.46、氩 1.31、氧 0.95、二氧化碳 1.53、水蒸汽 0.90、汞蒸汽 3.4、氯化氢 0.38、甲烷 1.26、四氯化碳 0.70 等。热阴极电离真空计可连续测定残余气体全压，是目前度量高真空 $10^{-1} \sim 10^{-6} \text{Pa}$ 广泛使用的主要仪器。

V_H —直流稳定加热电压 R_1 —可变限流电阻，其阻值远大于加热丝电阻 R_2 —毫伏计的分流电阻 CB —直流毫伏计 C —滤波电容器
1—管壳 2—加热丝 3—热偶 4—引出线

(9) 复合式电离真空计。热阴极电离真空计只能在 $\leq 10^{-1} \text{Pa}$ 下工作，而某些需要获得高真空的离子热处理设备（如离子渗碳、离子镀），都是使用机械泵从大气压开始抽气，待真空为 $\leq 5 \text{Pa}$ 后才启动扩散泵，将炉体抽至高真空。这就需要为设备配备同时或先后可以测定粗真空、低真空和高真空的仪表。为此人们将热偶真空计和热阴极电离真空计合并起来，形成如图 1-16 所示的结构。它可将测量范围扩展到 $10 \sim 6.7 \times 10^{-6} \text{Pa}$ 。这就是目前高真空热处理设备广泛使用的复合式电离真空计。

三、真空系统的结构与设计

离子热处理设备必须有一个完善可靠、有一定抽气功能的真空系统。这个系统是由真空泵、真空计、阀门、管道、冷阱和密封元件等组成的。设计这样的系统主要是确定其基本结构，即根据真空设备产生的气体量、工作压强、极限真空度和抽气时间等，选配主泵、前级泵和真空计，设计真空管路和配置真空元件。还应对系统中泵的抽气时间或在给定的抽气时间内所能达到的压强值等进行必要的计算。